ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЦИНК

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА

ГОСТ 19251.4—79

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.5:546.19.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦИНК

Метод определения мышьяка

ГОСТ 19251.4—79

Zinc.
Method of arsenic determination

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения мышьяка при его массовой доле от 0,00025 до 0,03 %.

Метод основан на образовании желтого мышьяковомолибденового комплекса с последующим восстановлением его сернокислым гидразином в слабокислом растворе до молибденовой сини и фотометрировании при длине волны 820 нм или в области длин волн 650—670 нм.

Чувствительность метода определения мышьяка на спектрофотометре — 2 мкг в объеме 25 см³; чувствительность определения мышьяка на фотоэлектроколориметре — 5 мкг в объеме 50 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 19251.0.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, очищенная от мышьяка следующим образом: в 500 см³ соляной кислоты растворяют 10 г йодистого калия. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 1000 см³, прибавляют 25 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин. Дают отстояться и сливают органический слой. Водный слой еще раз экстрагируют 25 см³ четыреххлористого углерода. Органический слой отбрасывают. Исходную концентрацию кислоты проверяют по ареометру.

Кислота соляная, раствор 9 моль/дм³; готовят из очищенной от мышьяка соляной кислоты разбавлением водой 3:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, раствор 3 моль/дм³.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор, 1,5 г/дм³ и разбавленный 1:19 (5 см³ 1,5 г/дм³ раствора доводят до объема 100 см³ водой).

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 10 г/дм³, готовят на растворе серной кислоты 3 моль/дм³.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 100 г/дм³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 1 г/дм³.

Титан треххлористый.

Издание официальное
★

Перепечатка воспрещена
© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

Фенолфталеин, раствор спиртовой 1 г/дм³.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Оксид мышьяка (III) по ГОСТ 1973.

Стандартные растворы мышьяка.

Раствор А: 0,1320 г оксида мышьяка (III) растворяют при нагревании в 5—10 см³ раствора гидроксида натрия, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, нейтрализуют по фенолфталеину раствором серной кислоты 3 моль/дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг мышьяка.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг мышьяка.

Раствор В: 20 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,002 мг мышьяка.

Растворы Б и В следует применять свежеприготовленными.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску цинка массой 2,0000 г (массовая доля мышьяка от 0,00025 до 0,0005 %) и 1,0000 г (массовая доля мышьяка выше 0,0005 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты и выпаривают почти досуха. Охлаждают, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления паров серной кислоты. Стенки колбы обмывают 3—5 см³ воды и повторяют выпаривание до паров серной кислоты.

При массовой доле мышьяка от 0,005 до 0,03 % в колбу прибавляют 50 см³ воды и кипятят до растворения солей. Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Из осветленной части раствора берут аликвотную часть с таким расчетом, чтобы в ней было мышьяка от 0,005 до 0,05 мг.

При массовой доле мышьяка от 0,00025 до 0,005 % в колбу прибавляют 20 см³ воды и кипятят до растворения солей. Раствор охлаждают. Если есть осадок сульфата свинца, то его отфильтровывают, промывают 3—4 раза небольшим количеством холодной воды и отбрасывают.

Затем аликвотную часть или весь раствор помещают в делительную воронку вместимостью 150—200 см³, прибавляют по каплям раствор треххлористого титана до сиреневого цвета и в избыток 0,2 см³, прибавляют трех-, четырехкратный объем соляной кислоты, чтобы кислотность раствора была не ниже 9 моль/дм³ 20 см³ четыреххлористого углерода и встряхивают в течение 2 мин. Дают отстояться и сливают органический слой в другую делительную воронку. Экстракцию мышьяка с 20 см³ четыреххлористого углерода повторяют и присоединяют органический слой к первому. Объединенные экстракты промывают 10 см³ раствора соляной кислоты 9 моль/дм³, встряхивая 15—20 с.

Промытый органический экстракт сливают в другую делительную воронку, где встряхивают с 10 см³ воды в течение 1 мин. При этом мышьяк переходит в водный слой. Реэкстракцию мышьяка с 10 см³ воды повторяют.

Объединенные реэкстракты помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски раствора. Через 4—5 мин прибавляют 2 см³ раствора молибденовокислого аммония и нагревают до кипения. Добавляют по каплям раствор (1,5 г/дм³) гидразина до обесцвечивания марганцовокислого калия, затем 2 см³ разбавленного раствора гидразина и кипятят 3—5 мин.

После охлаждения в зависимости от интенсивности окраски раствор переводят в мерные колбы вместимостью 25 или 50 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 820 нм или фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 650—760 нм, в соответствующей кювете.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит вода.

Содержание мышьяка устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Для построения градуировочного графика при работе на фотоэлектроколориметре в шесть из семи конических колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 5, 10, 20, 30, 40 и 50 мкг мышьяка. В каждую колбу прибавляют 10 см³ азотной кислоты и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

Оптическую плотность растворов измеряют при 650—670 нм.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям мышьяка строят градуировочный график.

3.3. Для построения градуировочного графика при работе на спектрофотометре в пять из шести конических колб вместимостью по 100 мл помещают 1, 2, 3, 4 и 5 см³ стандартного раствора В, что соответствует 2, 4, 6, 8 и 10 мкг мышьяка. В каждую колбу прибавляют по 10 см³ азотной кислоты и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1. Оптическую плотность растворов измеряют при 820 нм.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массовым долям мышьяка строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю мышьяка (X), %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{10000 \cdot m_1},$$

где m — масса мышьяка в растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;

m_1 — масса навески, содержащаяся в отобранной части раствора, г.

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью P=0,95 не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля мышьяка, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,00025 до 0,00100 включ.	0,00010	0,00015
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0003	0,0004
» 0,0030 » 0,0050 »	0,0006	0,0008
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0010	0,0015
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,003

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.И. Лысенко, Л.И. Максай, Р.Д. Коган, В.А. Колесникова, Н.А. Романенко, Р.А. Пестова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.08.79 № 3077

3. Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 от 26.04.95)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Киргизстан	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Республика Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

4. Периодичность проверки 5 лет

5. ВЗАМЕН ГОСТ 19251.4—77

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 1973—77	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3765—78	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4232—74	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 5841—74	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 19251.0—79	1.1
ГОСТ 20288—74	2
ГОСТ 20490—75	2

7. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

8. ПЕРЕИЗДАНИЕ (февраль 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в октябре 1984 г., апреле 1989 г., июне 1996 г. (ИУС 1—85, 7—89, 9—96)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.02.98. Подписано в печать 24.03.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,45.
Тираж 161 экз. С/Д 4478. Зак. 143.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru